

2001-172395

(11)Publication number : 2001-172395

(43)Date of publication of application : 26.06.2001

---

(51)Int.Cl. C08J 3/02

---

(21)Application number : 11-376599 (71)Applicant : LION CORP

(22)Date of filing : 15.12.1999 (72)Inventor : ARAI KEIKO  
KOBAYASHI MANABU  
SHINTANI YUTAKA

---

(54) METHOD FOR PRODUCING POLYMER SOLUTION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing a polymer solution which can prevent formation of balls of a polymer in an all-purpose stirring vessel in a simple process to efficiently and uniformly swell and dissolve the polymer.

SOLUTION: The method of producing a polymer solution comprises stirring a solvent in a mixer to agitate bubbles in the solvent to form a vapor-liquid dispersion, and introducing a polymer powder into the vapor-liquid dispersion to swell and dissolve the polymer.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-172395

(P2001-172395A)

(43) 公開日 平成13年6月26日 (2001.6.26)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

C 0 8 J 3/02

識別記号

F I

C 0 8 J 3/02

テームコード\* (参考)

Z 4 F 0 7 0

審査請求 未請求 請求項の数1 書面 (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平11-376599

(22) 出願日 平成11年12月15日 (1999.12.15)

(71) 出願人 000006769

ライオン株式会社

東京都墨田区本所1丁目3番7号

(72) 発明者 新井 恵子

東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内

(72) 発明者 小林 学

東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内

(72) 発明者 新谷 裕

東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内

Fターム (参考) 4F070 AA02 AA27 AA28 AA29 AA64

CA03 CA11 CB02 CB05 CB11

(54) 【発明の名称】 高分子溶液の製造方法

(57) 【要約】

【解決手段】 溶媒を攪拌機で攪拌して、溶媒に気泡を巻き込み、気-液分散液を形成し、該気-液分散液に高分子粉体を投入して、膨潤溶解させる

【効果】 汎用の攪拌槽で、簡便な方法により高分子のダマ化を防止して効率的に高分子を均一に膨潤溶解させることができる。

**【特許請求の範囲】**

【請求項1】 攪拌槽を用いて、溶媒に高分子粉体を膨潤溶解させて、高分子溶液を製造する際に、溶媒を攪拌機で攪拌して、溶媒に気泡を巻き込み、気-液分散液を形成し、該気-液分散液に高分子粉体を投入して、膨潤溶解させることを特徴とする高分子溶液の製造方法。

**【発明の詳細な説明】****【0001】**

【発明の属する技術分野】 本発明は、化粧品、洗浄剤等に配合される高分子をダマを生じることなく膨潤溶解させて、短時間に均一な高分子溶液を得る製造方法に関する。

**【0002】**

【従来の技術】 一般に、化粧品、洗浄剤等の組成物に配合される高分子は、溶媒と接触したと、ダマやまご等の未溶解物を形成し、膨潤溶解に長時間を要するという問題があり、これを解決するために種々の方法が提案されている。例えば、高速攪拌機により25℃以下で300秒以内に水溶性高分子を水の中に投入し、直ちに昇温を行う方法（特開平8-283418号公報）。溶媒を恒温ジャケット付きタンク内に入れ温度30～39℃で、攪拌レイノルズ数が $2.0 \times 10^5$ 以上となる様に攪拌し、高分子粉体を投入して、分散後、40℃までは1℃/min以上の速度で昇温し、さらに50～60℃まで昇温する方法（特開平11-209476号公報）。高分子粉体に、溶媒と親和性を有する澱粉抑制剤（セルロース等）を混合する方法（特開平11-197476号公報）等である。これらの方法は、特殊な攪拌装置や厳密な温度管理を必要としたり、第3物質の添加が必要等の問題があり、汎用的な攪拌槽を用いる簡便な方法が望まれていた。

**【0003】**

【発明が解決しようとする課題】 従って、本発明は、汎用の攪拌槽で、簡便な方法により高分子のダマ化を防止して効率的に高分子を均一に膨潤溶解させる方法を提供することを目的とする。

**【0004】**

【課題を解決するための手段及び発明の実施の形態】 本発明者等は、鋭意研究した結果、溶媒中の気泡が高分子粉体粒子の凝集を抑制してダマ化を防止できることを見出し、本発明を完成するに至った。即ち、本発明は、攪拌槽を用いて、溶媒に高分子粉体を膨潤溶解させて、高分子溶液を製造する際に、溶媒を攪拌機で攪拌して、溶媒に気泡を巻き込み、気-液分散液を形成し、該気-液分散液に高分子粉体を投入して、膨潤溶解させることによる高分子溶液の製造方法である。

【0005】 以下、本発明につき更に詳しく説明する。なお、以下に記載の配合量の％表示は、質量％のことである。本発明の高分子溶液の製造方法は、まず、第1ステップとして、攪拌槽に高分子溶液の製造に必要な溶媒

の1部または全量を投入し、攪拌して溶媒中に気泡を巻き込んで気-液分散液を形成する。

【0006】 本発明において、攪拌槽は、パドル、プロペラ、タービン、バルセーター等の攪拌羽根を備えた汎用のものを使用できる。上記の溶媒中に気泡を巻き込む攪拌状態は、例えば、図1に示すように、攪拌により生じたボルテックスの深さ（L）と攪拌停止時の静止液面の高さ（H）との比率 $Z = L/H \times 100$ （％）が、50％以上、特に50～85％の状態では攪拌することが好ましい。

【0007】 次に、第2のステップとして、上記の気-液分散液に高分子粉体を投入して、膨潤溶解させる。高分子粉体は、液面に投入した粉体が液中に巻き込まれる速度より遅い速度で投入することが好ましい。高分子溶液の製造に必要な全溶媒量の1部を使用して第1ステップの気-液分散液を調製し、これに高分子粉体を投入、分散した後、残りの溶媒を添加しても良い。高分子粉体が気-液分散液中に巻き込まれて均一に分散し、膨潤溶解を開始すると分散液の粘度が徐々に増加するため上記ボルテックスの深さは徐々に減少し、このため液中に気泡を巻き込まなくなる。このような状態になると分散液中の気泡は徐々に抜け、高分子の膨潤溶解が完了する頃には液中には気泡がほとんどなくなる。高分子溶液の粘度が急激に増大する場合には気泡が抜けないこともある。本発明は、溶媒中の気泡が、高分子の膨潤溶解の途中で抜けるような高分子-溶媒の系に適用することが特に好ましい。

【0008】 本発明に用いられる溶媒としては、水、アルコール、多価アルコール、油類（油脂、脂肪酸、炭化水素、エステル等）等又はこれらの混合物又は、これら溶媒に界面活性剤、高分子、防腐剤、抗菌剤、分散安定化剤（ピロリン酸ナトリウム等）、pH調整剤等の他の成分が溶解したものも適宜使用できる。特に、好ましくは、水性溶媒である。

【0009】 本発明に用いられる高分子粉体としては、好ましくは嵩密度 $1.0 \text{ g/cm}^3$ 以下の粉体である。高分子としては、特に限定されないが、例えば、カルボキシメチルセルロース、メチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース等のセルロース誘導体、キサンタンガム、グアーガム等の天然高分子、カルボキシビニルポリマー、ポリアクリル酸、（メタ）アクリル酸系共重合体等の合成高分子が挙げられる。特に、セルロース誘導体、キサンタンガム、カルボキシビニルポリマー等の膨潤溶解には、顕著な効果が認められるので、これらに本発明を適用することが好ましい。

**【0010】**

【発明の効果】 本発明の高分子溶液の製造方法によれば、汎用の攪拌槽で、簡便な方法により高分子のダマ化を防止して効率的に高分子を均一に膨潤溶解させること

ができる。

【0011】〔実施例、比較例〕以下、実施例及び比較例を示し、本発明を具体的に説明するが、本発明は、下記の実施例に制限されるものではない。

【0012】

【実施例1】ガラス製500ml容器に250gの水を入れ、直径38mmのプロペラ3枚羽根を取り付けた攪拌装置を容器の中心部に設置し、800rpmで攪拌した。この時、ボルテックス深さの静止液面高さに対する比率Zは60%で、内溶液は気泡を巻き込んだ状態であった。この気泡分散液に、表1に示した高分子粉体A、1.25gを10秒で投入したところ、ダマ化することなく液中に均一に分散した。更に水を250g添加し、攪拌を継続したところ、添加した高分子粉体は20分ですべて膨潤溶解し、気泡の無い高分子溶液を得ることができた。

【0013】

【実施例2】攪拌装置を容器壁面と中心部の中間位置に設置した以外は実施例1と同様にして行った。気液分散液のZは65%であり、高分子粉体はダマ化することなく液中に均一に分散し、添加した高分子粉体は25分ですべて膨潤溶解し、気泡の無い高分子溶液を得ることができた。

【0014】

【実施例3】ガラス製5リットル容器に2000gの水を入れ、直径38mmのバドル4枚羽根を取り付けた攪拌装置を容器の中心部に設置し、1200rpmで攪拌した。気液分散液のZは60%であり、この気泡分散液に、表1に示した高分子粉体C、20gを20秒で投入したところ、ダマ化することなく液中に均一に分散した。更に水を2000g添加し、攪拌を継続したところ、添加した高分子粉体は20分ですべて膨潤溶解し、気泡の無い高分子溶液を得ることができた。

【0015】

【実施例4】ガラス製5リットル容器に2000gの水を入れ、直径38mmのバドル4枚羽根を取り付けた攪拌装置を容器の中心部に設置し、2300rpmで攪拌した。気液分散液のZは80%であり、この気泡分散液に、表1に示した高分子粉体A、40gを20秒で投入

したところ、ダマ化することなく液中に均一に分散した。更に水を2000g添加し、回転数を1000rpmに下げて攪拌を継続した。この時のZは30%となり、高分子粉体は20分ですべて膨潤溶解し、気泡の無い高分子溶液を得ることができた。

【0016】

【実施例5】ガラス製15リットル容器に3500gの水を入れ、直径100mmのバルセーターを取り付けた攪拌装置により350rpmで攪拌した。気液分散液のZは80%であり、この気泡分散液に、表1に示した高分子粉体B、70gを20秒で投入したところ、ダマ化することなく液中に均一に分散した。更に水とエタノールの1/1（重量比）混合溶液を3000g添加し、攪拌を継続したところ、高分子粉体は20分ですべて膨潤溶解し、気泡の無い高分子溶液を得ることができた。

【0017】

【比較例1】ガラス製5リットル容器に2000gの水を入れ、直径38mmのバドル4枚羽根を取り付けた攪拌装置を容器の中心部に設置し、600rpmで攪拌した。分散液のZは30%であり、この分散液に、表1に示した高分子粉体Cを徐々に添加したが、粉体が上面に浮遊し、粉体1.5gを巻き込むまでに5分を要した。また、実施例3で溶解できた粉体量20gの約13分の1と非常に少ない量であるにもかかわらず、液中に巻き込まれた粉体はダマ化し、膨潤溶解するまでに60分を要した。

【0018】

【比較例2】ガラス製5リットル容器に2000gの水を入れ、直径38mmのバドル4枚羽根を取り付けた攪拌装置を容器の中心部に設置し、500rpmで攪拌した。分散液のZは30%であり、この分散液に、表1に示した高分子粉体A、40gを徐々に添加したが、実施例4と比較して、粉体の巻き込みに10分を要した。しかも、液中に巻き込まれた粉体はダマ化しており、回転数を2300rpmに上げても膨潤溶解するまでには60分を要した。

【0019】

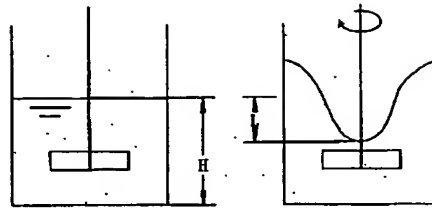
【表1】

| 高分子粉体 |   | 高密度 g/cm <sup>3</sup> |
|-------|---|-----------------------|
| A     | カルボキシビニルポリマー Carbopol 940<br>(B.F. Goodrich 社製) | 0.15                  |
| B     | カルボキシメチルセルロース CMC 1380<br>(ダイセル化学工業(株)製)        | 0.60                  |
| C     | キサンタンガム エコーガム T (大日本製薬(株)製)                     | 0.70                  |

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の攪拌状態を示す図である。

【図 1】



H: 静止液面の高さ

L: ボルテックスの深さ

ボルテックスの比率:  $Z = L/H \times 100 (\%)$